

Express Mail Label No EV 383033532 US
Date of Deposit March 9, 2004

tesa 1649-WCG

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicants : Dr. Marc HUSEMANN et al
Serial No. : To be assigned
Filed : Herewith
For : FLAME-RETARDANT PRESSURE-SENSITIVE
ADHESIVE, PROCESSES FOR PREPARING IT,
AND ITS USE FOR PRODUCING A PRESSURE-
SENSITIVE ADHESIVE TAPE
Art Unit : To be assigned
Examiner : To be assigned

March 9, 2004

MAIL STOP PATENT APPLICATION
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

TRANSMITTAL OF PRIORITY DOCUMENT

SIR:

Transmitted herewith is a certified copy of the following application, the foreign
priority of which has been claimed under 35 USC 119:

| <u>Country</u> | <u>Serial Number</u> | <u>Filing Date</u> |
|----------------|----------------------|--------------------|
| Germany | 103 12 031.9 | 18 March 2003 |

It is submitted that this certified copy satisfies all of the requirements of 35 USC 119,
and the right of foreign priority should therefore be accorded to the present application.

CONDITIONAL PETITION FOR EXTENSION OF TIME

If any extension of time for this response if required, Applicant requests that this be considered a petition therefor. Please charge the required petition fee to Deposit Account No. 14-1263.

ADDITIONAL FEE

Please charge any insufficiency of fees, or credit any excess, to Deposit Account No. 14-1263.

Respectfully submitted,

NORRIS McLAUGHLIN & MARCUS, P.A.

By William C. Gerstenzang

William C. Gerstenzang
Reg. No. 27,552

WCG:jh
Enclosure: certified copy of
DE 103 12 031.9

I hereby certify that this correspondence is being mailed with sufficient postage via Express Mail, label no. EV 383033532 USto the United States Patent and Trademark Office, addressed to: Mail Stop Patent Application, Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on March 9, 2004.

By Julie Harting
Julie Harting
Date March 9, 2004

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 103 12 031.9

Anmeldetag: 18. März 2003

Anmelder/Inhaber: tesa AG, 20253 Hamburg/DE

Bezeichnung: Schwerentflammbare Haftklebemasse, Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung zur Herstellung eines Haftklebebands

IPC: C 09 J, C 08 K

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 10. Februar 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

A large, handwritten signature in black ink, which appears to be the signature of the President of the German Patent and Trademark Office. The signature is fluid and cursive, with a prominent 'D' at the beginning.

Dzierzon

tesa Aktiengesellschaft
Hamburg

5

Beschreibung

Schwerentflammbarer Haftklebemasse, Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung zur Herstellung eines Haftklebebands

10 Die Erfindung betrifft eine schwerentflammbar, im Wesentlichen lösungsmittelfreie Haftklebemasse, Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung zur Herstellung eines Haftklebebands.

15 Es existieren eine Vielzahl von Anwendungen, für die Haftklebeänder schwer entflammbar sein müssen. Der Gesetzgeber schreibt beispielsweise für viele Bürogebäude oder öffentliche Gebäude strenge Anforderungen hinsichtlich der Entflammbarkeit für die verwendeten Baumaterialien vor. Da diese teilweise auch verklebt werden müssen, werden diese Anforderungen auch an die verwendeten Haftklebeänder gestellt. Ein weiterer Bereich ist der Verkehr. In Flugzeugen oder auf 20 Schiffen müssen ebenfalls eine Vielzahl von Baumaterialien schwer oder gar nicht entflammbar sein. Auch hier wird in einer Vielzahl von Anwendungen mit schwer entflammablen Haftklebeändern verklebt.

25 Auch in der Computertechnologie werden mehr und mehr elektronische Teile miteinander verklebt. Durch die Miniaturisierung werden ebenfalls immer höhere Anforderungen an die Haftklebeänder gestellt. So können zum Teil sehr hohe Temperaturen in den elektronischen Schaltkreisen auftreten oder die Haftklebeänder müssen schwallötbeständig sein. Durch das Schwallötbad werden z.B. auf Schaltkreisen Lötverbindungen hergestellt. Hierbei treten Temperaturen von größer 280 °C auf, so dass 30 die Gefahr besteht, dass sich die Haftklebeänder unter diesen Temperaturen entzünden.

Neben den oben genannten Anforderungen bezüglich der Schwerentflammbarkeit existieren natürlich noch eine Vielzahl von sekundären Anforderungen, beispielsweise in 35 der Computerindustrie geringes Ausgasen von Lösungsmitteln, Langzeitbeständigkeit

auch unter UV-Licht, und auch Einsetzbarkeit in einem weiten Temperaturbereich. Diese sekundären Anforderungen können sehr gut durch doppelseitige Haftklebebänder mit Acrylahaftklebemassen erfüllt werden. Polyacrylate besitzen jedoch den Nachteil, sehr gut entflammbar zu sein und erfüllen daher nicht die Anforderungen an die

5 Schwerentflammbarkeit.

Daher werden diesen Haftklebemassen Flammenschutzmittel hinzugesetzt. Diese Technik ist bereits seit langem bekannt. So können beispielsweise phosphat-, brom- oder chlorhaltige Verbinden, Al-Verbindungen oder schwefelhaltige Verbindungen eingesetzt

10 werden. Insbesondere die halogenhaltigen Zusätze werden heute aus Umweltschutzgründen nur noch sehr begrenzt eingesetzt, da bei einem eventuellen Recyclingprozess Dioxine und andere Umweltgifte freigesetzt werden können. Die übrigen Zusätze besitzen ebenfalls Nachteile, da sie die klebtechnischen Eigenschaften verschlechtern, insbesondere die Klebkraft herabsetzen, und zu hohen Anteilen

15 hinzugesetzt werden müssen.

Der vorliegenden Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, eine schwerentflammable und möglichst lösungsmittelfreie Haftklebemasse zur Verfügung zu stellen, welche die oben genannten Anforderungen erfüllt. Die Haftklebemasse soll insbesondere für die

20 Herstellung von schwerentflammablen Haftklebebändern, die höchsten Sicherheitsanforderungen genügen, geeignet sein.

Gelöst wird die Aufgabe durch eine schwerentflammable Haftklebemasse, umfassend

(a) mindestens eine Acrylat-Klebstoffkomponente,
(b) mindestens eine Ammoniumpolyphosphat-Komponente und
(c) mindestens eine Harz-Komponente.

Überraschend und für den Fachmann nicht vorhersehbarer weist eine Haftklebemasse nach vorstehender Formulierung eine äußerst geringe bis gar nicht vorhandene Tendenz

30 zur Entflammung und sehr geringe Lösungsmittelanteile auf. Gleichzeitig weist die erfindungsgemäße Haftklebemasse eine gegenüber herkömmlichen Haftklebemassen verbesserte Klebkraft auf.

Die Unteransprüche betreffen bevorzugte Weiterentwicklungen dieser Haftklebemasse.

Die Haftklebemasse kann besonders vorteilhaft für die Herstellung von schwerentflammabaren Haftklebebändern verwendet werden, welche bevorzugt ein mit einem Flammenschutzmittel imprägnierte Trägerband umfassen, das einseitig oder doppelseitig mit der erfindungsgemäßen Haftklebemasse beschichtet ist. Nachfolgend 5 werden einige Einzelheiten zur Herstellung der Haftklebebänder gegeben.

Haftklebemasse

10 Die erfindungsgemäße Haftklebemasse setzt sich vorzugsweise zusammen aus mindestens 35 Gew.-% der mindestens einen Acrylat-Klebstoffkomponente, mindestens 25 Gew.-% Ammoniumpolyphosphat, insbesondere 30 bis 40 Gew.-%, sowie mindestens 25 Gew.-% der mindestens einen Harz-Komponente. Dabei weist die mindestens eine 15 Acrylat-Klebstoffkomponente eine mittlere molekulare Masse M_w von höchstens 600.000 g/mol auf.

Als Hauptkomponente der Haftklebemasse werden bevorzugt Acrylat- beziehungsweise Methacrylat-Haftklebemassen eingesetzt, das heißt Haftklebemassen die im Wesentlichen auf mindestens einem (Meth)Acrylat-Monomer basieren, der 20 gegebenenfalls noch mit einem oder mehreren Comonomeren copolymerisiert sein kann. Dabei kann das Monomeren/Comonomeren-Gemisch im fertigen Produkt bereits voll auspolymerisiert oder nur teil polymerisiert vorliegen.

25 Die zur Herstellung dieser Massen eingesetzten Monomere/Comonomere werden derart gewählt, dass die resultierenden Polymere bei Raumtemperatur als Haftklebemassen eingesetzt werden können, insbesondere derart, dass die resultierenden Polymere haftklebende Eigenschaften besitzen, beispielsweise entsprechend dem „Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology“ von Donatas Satas (van Nostrand, New York 1989).

30 Zur Erzielung einer bevorzugten Glasübergangstemperatur T_g der Polymere von $T_g \leq 25$ °C für Haftklebemassen, die bevorzugt bei Raumtemperatur eingesetzt werden, werden entsprechend den vorstehenden Ausführungen die Monomere sehr bevorzugt 35 derart ausgesucht und die mengenmäßige Zusammensetzung der Monomermischung vorteilhaft derart gewählt, dass sich nach der so genannten **Fox**-Gleichung (G1) (vgl.

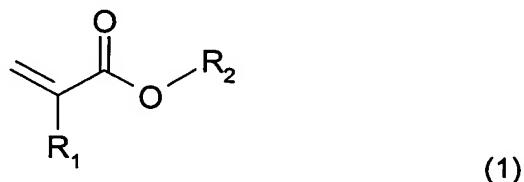
T.G. Fox, Bull. Am. Phys. Soc. 1 (1956) 123) der gewünschte T_g -Wert für das Polymer ergibt.

$$\frac{1}{T_g} = \sum_n \frac{w_n}{T_{g,n}} \quad (G1)$$

5

Hierin repräsentiert n die Laufzahl über die eingesetzten Monomere, w_n den Massenanteil des jeweiligen Monomers n (Gew.-%) und $T_{g,n}$ die jeweilige Glasübergangstemperatur des Homopolymers aus den jeweiligen Monomeren n in Kelvin.

10 Nach einer vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung basiert die mindestens eine Acrylat-Klebstoffkomponente, die vorzugsweise einen Massenanteil von mindestens 35 % in der Haftklebemasse aufweist, auf mindestens einem Acrylat-Monomer der allgemeinen Formel (1),



15 worin R_1 gleich H oder ein CH_3 -Rest bedeutet und R_2 gleich H bedeutet oder aus der Gruppe der gesättigten, unverzweigten oder verzweigten, substituierten oder nicht-substituierten C_1 - bis C_{30} -Alkylresten gewählt ist.

Der R_2 -Rest dieser Acrylat-Monomere kann auch noch mit funktionellen Gruppen substituiert sein, insbesondere ausgewählt aus Carboxyl-, Sulfonsäure-, Hydroxyl-, Lactam-, Lacton-, N-substituierten Amid-, N-substituierten Amin-, Carbamat-, Epoxy-, Thiol-, Alkoxy-, Cyan-, Halogenid- und Etherresten.

25 In einer sehr bevorzugten Weise werden solche Acrylat- beziehungsweise Methacrylat-Monomere eingesetzt, die Acryl- oder Methacrylsäureester mit Alkylgruppen mit 4 bis 14 C-Atomen, vorzugsweise mit 4 bis 9 C-Atome umfassen. Spezifische Beispiele, ohne sich durch diese Aufzählung einschränken zu wollen, sind Methylacrylat, Methylmethacrylat, Ethylacrylat, n-Butylacrylat, n-Butylmethacrylat, n-Pentylacrylat, n-Hexylacrylat, n-Heptyl-acrylat, n-Octylacrylat, n-Octylmethacrylat, n-Nonylacrylat, Laurylacrylat, Stearylacrylat, 30 Behenylacrylat, und deren verzweigten Isomere, wie z.B. Isobutylacrylat, 2-Ethylhexyl-acrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat, Isooctylacrylat, Isooctylmethacrylat.

Weitere einsetzbare Verbindungsklassen sind (Meth)Acrylate mit überbrückten Cycloalkylresten mit mindestens 6 C-Atomen. Die Cycloalkylalkohole können auch substituiert sein, etwa durch C₁- bis C₆-Alkylgruppen, Halogenid- oder Cyanogruppen oder dergleichen. Spezifische Beispiele sind Cyclohexylmethacrylate, Isobornylacrylat, Isobornylmethacrylate und 3,5-Dimethyladamantylacrylat.

In einer bevorzugten Vorgehensweise werden als Comonomere Verbindungen eingesetzt, die mindestens einen Substituenten tragen, insbesondere polare Gruppen wie

Carboxyl-, Sulfonsäure-, Hydroxyl-, Lactam-, Lacton-, N-substituierte Amid-, N-substituierte Amin-, Carbamat-, Epoxy-, Thiol-, Alkoxy-, Cyanid-, Halogenid- oder Ethergruppen oder ähnliches tragen.

Ebenfalls geeignete, moderat basische Comonomere sind einfach oder zweifach N-alkylsubstituierte Amide, insbesondere Acrylamide, beispielsweise N,N-Dimethylacryl-

amid, N,N-Dimethylmethacrylamid, N-tert-Butylacrylamid, N-Vinylpyrrolidon, N-Vinyl-lactam, N-Methyloacrylamid, N-Methylolethacrylamid, N-(Butoxymethyl)methacrylamid, N-(Ethoxymethyl)acrylamid, N-Isopropylacrylamid, wobei diese Aufzählung nicht abschließend ist.

Weitere bevorzugte Beispiele für Comonomere sind Hydroxyethylacrylat Hydroxyethyl-

methacrylat, Hydroxypropylacrylat, Hydroxypropylmethacrylat, Allylalkohol, Maleinsäure-anhydrid, Itaconsäureanhydrid, Itaconsäure, Glyceridylmethacrylat, Phenoxyethylacrylat, Phenoxyethylmethacrylat, 2-Butoxyethylacrylat, 2-Butoxyethylmethacrylat, Cyanoethyl-acrylat, Cyanoethylmethacrylat, Glycerylmethacrylat, 6-Hydroxyhexylmethacrylat, Vinyl-essigsäure, Tetrahydrofurylacrylat, β-Acryloyloxypropionsäure, Trichloracrylsäure, Fumarsäure, Crotonsäure, Aconitsäure, Dimethylacrylsäure, wobei diese Aufzählung nicht abschließend ist.

In einer weiteren sehr bevorzugten Vorgehensweise werden als Comonomere Vinylverbindungen, insbesondere Vinylester, Vinylether, Vinylhalogenide, Vinyliden-halogenide, Vinylverbindungen mit aromatischen Cyclen und Heterocyclen in α-Stellung

eingesetzt. Auch hier seien nicht ausschließlich einige Beispiele genannt, wie Vinylacetat, Vinylformamid, Vinylpyridin, Ethylvinylether, Vinylchlorid, Vinylidenchlorid und Acrylonitril.

Weiterhin werden optional in einer weiteren Vorgehensweise Photoinitiatoren mit einer copolymerisierbaren Doppelbindung als Comonomer eingesetzt. Als Photoinitiatoren sind Norrish-I- und -II-Photoinitiatoren geeignet. Beispiele sind z.B. Benzoinacrylat und ein acryliertes Benzophenon der Fa. UCB (Ebecryl P 36®). Im Prinzip können alle dem

5 Fachmann bekannten Photoinitiatoren copolymerisiert werden, die das Polymer über einen Radikalmechanismus unter UV-Bestrahlung vernetzen können. Ein Überblick über mögliche einsetzbare Photoinitiatoren, die mit einer Doppelbindung funktionalisiert werden können, wird in Fouassier: „Photoinitiation, Photopolymerization and Photocuring: Fundamentals and Applications“, Hanser-Verlag, München 1995, gegeben.

10 Ergänzend wird Carroy et al. in „Chemistry and Technology of UV and EB Formulation for Coatings, Inks and Paints“, Oldring (Hrsg.), 1994, SITA, London eingesetzt.

 In einer weiteren bevorzugten Vorgehensweise werden zu den beschriebenen Comonomeren Monomere hinzugesetzt, die eine hohe statische Glasübergangstemperatur besitzen. Als Komponenten eignen sich aromatische Vinylverbindungen, beispielsweise

15 Styrol, wobei bevorzugt die aromatischen Kerne aus C₄- bis C₁₈-Bausteinen bestehen und auch Heteroatome enthalten können. Besonders bevorzugte Beispiele sind 4-Vinylpyridin, N-Vinylphthalimid, Methylstyrol, 3,4-Dimethoxystyrol, 4-Vinylbenzoësäure, Benzylacrylat, Benzylmethacrylat, Phenylacrylat, Phenylmethacrylat, t-Butylphenylacrylat, t-Butylphenylmethacrylat, 4-Biphenylacrylat, 4-Biphenylmethacrylat, 2-Naphthylacrylat, 2-20 Naphthylmethacrylat sowie Mischungen aus diesen Monomeren, wobei diese Aufzählung nicht abschließend ist.

 Weiterhin ist Bestandteil der Haftklebemasse ein Ammoniumpolyphosphat mit mindestens 25 Gew.-%. Die Obergrenze ist abhängig von der Monomer/Comonomer-

25 Zusammensetzung des Polyacrylats sowie von der bevorzugten Haftklebrigkei des Systems. Bei Massenanteilen des Ammoniumpolyphosphats von größer 60 Gew.-% ist die Haftklebemasse nicht mehr entflammbar, weist aber auch nur noch eine geringe Haftklebrigkei auf. In einer sehr bevorzugten Auslegung der Erfindung werden zwischen 30 und 40 Gew.-% des Ammoniumpolyphosphats eingesetzt. Ammoniumpolyphosphate 30 sind kommerziell erhältlich, etwa unter dem Handelsnamen Exolit™ 422.

Ein weiterer Bestandteil der Haftklebemassen sind Harze. Als zuzusetzende, klebrigmachende Harze sind ausnahmslos alle vorbekannten und in der Literatur beschriebenen Klebharze einsetzbar. Genannt seien stellvertretend die Pinen-, Inden-

und Kolophoniumharze, deren disproportionierte, hydrierte, polymerisierte, veresterte Derivate und Salze, die aliphatischen und aromatischen Kohlenwasserstoffharze, Terpenharze und Terpenphenolharze sowie C₅- bis C₉- Kohlenwasserstoffharze sowie andere Kohlenwasserstoffharze. Beliebige Kombinationen dieser und weiterer Harze

5 können eingesetzt werden, um die Eigenschaften der resultierenden Klebemasse wunschgemäß einzustellen. Im Allgemeinen lassen sich alle mit dem entsprechenden Poly(meth)acrylat kompatiblen (löslichen) Harze einsetzen, insbesondere sei verwiesen auf alle aliphatischen, aromatischen, alkylaromatischen Kohlenwasserstoffharze, Kohlenwasserstoffharze auf Basis reiner Monomere, hydrierte Kohlenwasserstoffharze,

10 funktionelle Kohlenwasserstoffharze sowie Naturharze. Auf die Darstellung des Wissensstandes im „Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology“ von Donatas Satas (van Nostrand, 1989) sei ausdrücklich hingewiesen. In einer sehr bevorzugten Auslegung werden Terpenphenol-Harze und C₅-C₉-Kohlenwasserstoff-Harze zugemischt.

15 Weiterhin können optional Phosphat-Weichmacher (Plastifizierungsmittel), nicht brennbare Füllstoffe, Mikrokugeln aus anderen Materialien, Kieselsäure, Silikate, Keimbildner, Blähmittel, Compoundierungsmittel und/oder Alterungsschutzmittel, letztere beispielsweise in Form von primären und sekundären Antioxidantien oder in Form von Lichtschutzmitteln zugesetzt sein. In einer bevorzugten Auslegung werden

20 Oligophosphate als Weichmacher hinzugesetzt.

Zusätzlich können Vernetzer und Promotoren zur Vernetzung beigemischt werden. Geeignete Vernetzer für die Elektronenstrahlvernetzung und UV-Vernetzung sind beispielsweise bi- oder multifunktionelle Acrylate, bi- oder multifunktionelle Isocyanate (auch in blockierter Form) oder bi- oder multifunktionelle Epoxide.

Zu einer optionalen Vernetzung mit UV-Licht können der Haftklebemasse UV-absorbierende Photoinitiatoren zugesetzt werden. Nützliche Photoinitiatoren, welche sehr gut zu verwenden sind, sind Benzoinether, wie z. B. Benzoinmethylether und Benzoin-30 isopropylether, substituierte Acetophenone, wie z. B. 2,2-Diethoxyacetophenon (z.B. Irgacure 651® von Fa. Ciba Geigy®), 2,2-Dimethoxy-2-phenyl-1-phenylethanon, Dimethoxyhydroxyacetophenon, substituierte α -Ketole, wie z. B. 2-Methoxy-2-hydroxypropiophenon, aromatische Sulfonylchloride, wie z. B. 2-Naphthylsulfonylchlorid, und photoaktive Oxime, wie z. B. 1-Phenyl-1,2-propandion-2-(O-ethoxycarbonyl)oxim.

Die oben erwähnten und weitere einsetzbare Photoinitiatoren und andere vom Typ Norrish I oder Norrish II können folgenden Reste enthalten: Benzophenon-, Acetophenon-, Benzil-, Benzoin-, Hydroxyalkylphenon-, Phenylcyclohexylketon-, Anthrachinon-, Trimethylbenzoylphosphinoxid-, Methylthiophenylmorpholinketon-,

5 Aminoketon-, Azobenzoin-, Thioxanthon-, Hexarylbisimidazol-, Triazin- oder Fluorenon- Reste, wobei jeder dieser Reste zusätzlich mit einem oder mehreren Halogenatomen und/oder einer oder mehreren Alkyloxygruppen und/oder einer oder mehreren Aminogruppen oder Hydroxygruppen substituiert sein kann. Ein repräsentativer Überblick wird von Fouassier („Photoinitiation, Photopolymerization and Photocuring: Fundamentals and Applications“, Hanser-Verlag, München 1995) gegeben. Ergänzend kann Carroy et al. (in „Chemistry and Technology of UV and EB Formulation for Coatings, Inks and Paints“, Oldring (Hrsg.), 1994, SITA, London) herangezogen werden.

10

15 Herstellungsverfahren für die Haftklebemasse

Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zur Herstellung der schwerentflammabaren Haftklebemasse, wobei

20 (a) mindestens eine Acrylat-Klebstoffkomponente durch zumindest teilweise Polymerisation mindestens eines Acrylat-Monomers, gegebenenfalls in Gegenwart mindestens eines Comonomers, hergestellt wird,

(b) nacheinander oder gleichzeitig mindestens eine Ammoniumpolyphosphat-Komponente und mindestens eine Harz-Komponente der mindestens einen Acrylat-Klebstoffkomponente zugemengt werden.

25

Zur Herstellung der Poly(meth)acrylat-Komponente werden vorteilhaft konventionelle radikalische Polymerisationen mit den Monomeren, gegebenenfalls in Gegenwart der Comonomere durchgeführt. Für die bevorzugt thermisch-initiiert radikalisch verlaufenden Polymerisationen werden bevorzugt Initiatorsysteme eingesetzt, die zusätzlich weitere 30 radikalische Initiatoren zur Polymerisation enthalten, insbesondere thermisch zerfallende radikalbildende Azo- oder Peroxo-Initiatoren. Prinzipiell eignen sich jedoch alle für Acrylate dem Fachmann geläufigen, üblichen Initiatoren. Die Produktion von C-zentrierten Radikalen ist in Houben Weyl (Methoden der Organischen Chemie, Vol. E 19a, S. 60 – 147) beschrieben. Diese Methoden werden in bevorzugter Weise in 35 Analogie angewendet.

Beispiele für geeignete Radikalquellen sind Peroxide, Hydroperoxide und Azoverbindungen. Als einige nicht ausschließliche Beispiele für typische Radikalinitiatoren seien hier genannt Kaliumperoxodisulfat, Dibenzoylperoxid, Cumolhydroperoxid, Cyclohexanonperoxid, Di-t-butylperoxid, Azodiisosäurebutyronitril, Cyclohexylsulfonylacetylperoxid, Diisopropyl-percarbonat, t-Butylperoktoat, Benzpinacol. In einer sehr bevorzugten Auslegung wird als radikalischer Initiator 1,1'-Azo-bis-(cyclohexancarbonsäurenitril) (Vazo 88™ der Fa. DuPont) oder Azodisobutyronitril (AIBN) verwendet.

Die maximalen Molekulargewichte M_w der Acrylat-Klebstoffkomponente von 600.000 g/mol werden über Größenausschlußchromatographie (GPC) oder Matrix-unterstützte Laser-Desorption/Ionisations-Massenspektrometrie (MALDI-MS) bestimmt.

Die Polymerisation kann in Substanz, in Gegenwart eines oder mehrerer organischer Lösungsmittel, in Gegenwart von Wasser oder in Gemischen aus organischen Lösungsmitteln und Wasser durchgeführt werden. Es wird dabei angestrebt, die verwendete Lösungsmittelmenge so gering wie möglich zu halten. Geeignete organische Lösungsmittel sind reine Alkane (z.B. Hexan, Heptan, Octan, Isooctan), aromatische Kohlenwasserstoffe (z.B. Benzol, Toluol, Xylol), Ester (z.B. Essigsäureethylester, Essigsäurepropyl-, -butyl- oder -hexylester), halogenierte Kohlenwasserstoffe (z.B. Chlorbenzol), Alkanole (z.B. Methanol, Ethanol, Ethylenglycol, Ethylenglycolmonomethyl-ether) und Ether (z.B. Diethylether, Dibutylether) oder Gemische davon. Die wässrigen Polymerisationsreaktionen können mit einem mit Wasser mischbaren oder hydrophilen Colösungsmittel versetzt werden, um zu gewährleisten, dass das Reaktionsgemisch während des Monomerumsatzes in Form einer homogenen Phase vorliegt. Vorteilhaft verwendbare Colösungsmittel für die vorliegende Erfindung werden gewählt aus der folgenden Gruppe, enthaltend aliphatische Alkohole, Glycole, Ether, Glycolether, Pyrrolidine, N-Alkylpyrrolidinone, N-Alkylpyrrolidone, Polyethylenglycole, Polypropylenglycole, Amide, Carbonsäuren und Salze davon, Ester, Organosulfide, Sulfoxide, Sulfone, Alkoholderivate, Hydroxyetherderivate, Aminoalkohole, Ketone und dergleichen, sowie Derivate und Gemische davon.

Die Polymerisationszeit beträgt – je nach Umsatz und Temperatur – zwischen 2 und 72 Stunden. Je höher die Reaktionstemperatur gewählt werden kann, das heißt, je höher die

thermische Stabilität des Reaktionsgemisches ist, desto geringer kann die Reaktionsdauer gewählt werden.

5 Zur Initiierung der Polymerisation ist für die thermisch zerfallenden Initiatoren der Eintrag von Wärme essentiell. Die Polymerisation kann in diesem Fall durch Erwärmen auf 50 bis 160 °C, je nach Initiatortyp, initiiert werden.

10 Für die Herstellung kann es auch von Vorteil sein, die Acrylat-Klebstoffkomponente in Substanz zu polymerisieren. Hier eignet sich insbesondere die Präpolymerisationstechnik. Die Polymerisation wird mit UV-Licht initiiert, wird aber nur bis zu einem geringen Umsatz von ca. 10 bis 30 % geführt. Anschließend kann dieser Polymersirup z.B. in Folien eingeschweißt werden (im einfachsten Fall Eiswürfel) und dann in Wasser bis zu einem hohen Umsatz durchpolymerisiert werden. Die entstehenden Pellets lassen sich dann als Acrylatschmelzkleber einsetzen, wobei für den 15 Aufschmelzvorgang besonders bevorzugt Folienmaterialien eingesetzt werden, die mit dem Polyacrylat kompatibel sind. Auch für diese Präparationsmethode lassen sich die thermisch-leitfähigen Materialzusätze vor oder nach der Polymerisation zusetzen.

20 In weiteren Auslegungsvarianten der Erfindung werden zur Herstellung der erfinderischen Haftklebemassen kontrollierte radikalische oder lebende Polymerisationsprozesse eingesetzt.

25 Ein anderes vorteilhaftes Herstellungsverfahren für die Poly(meth)acrylathaftklebemassen ist die anionische Polymerisation. Hier werden als Reaktionsmedium bevorzugt inerte Lösungsmittel verwendet, wie z.B. aliphatische und cycloaliphatische Kohlenwasserstoffe, oder auch aromatische Kohlenwasserstoffe.

30 Die Herstellung der schwerentflammabaren Haftklebebänder erfolgt vorteilhafterweise durch Beschichtung aus Hotmelt-Systemen, das heißt aus der Schmelze (s.u.). Für das Herstellungsverfahren kann es daher erforderlich sein, vor der Beschichtung das Lösungsmittel aus der Haftklebemasse zu entfernen. Hier können im Prinzip alle dem Fachmann bekannten Verfahren eingesetzt werden. Ein sehr bevorzugtes Verfahren ist die Aufkonzentration über einen Ein- oder Doppelschneckenextruder. Der Doppelschneckenextruder kann gleich- oder gegenläufig betrieben werden. Das 35 Lösungsmittel oder Wasser wird bevorzugt über mehrere Vakuumstufen abdestilliert.

Zudem wird je nach Destillationstemperatur des Lösungsmittels gegengeheizt. Die Restlösungsmittelanteile betragen insbesondere weniger als 1 %, vorzugsweise weniger als 0,5 % und besonders bevorzugt weniger als 0,2 %. Der Hotmelt wird aus der Schmelze weiterverarbeitet.

5

In der Schmelze werden in einem sehr bevorzugten Verfahren die Harze bzw. das Ammoniumpolyphosphat hinzumixed. Die Compoundierung zu der Schmelze erfolgt bevorzugt in einem Doppelschneckenextruder oder einem Planetwalzenextruder. Durch Scherenergie werden sowohl Harze als auch Ammoniumpolyphosphat homogen verteilt.

10

Beschichtung, Träger, Vernetzung

15 Zur Beschichtung im Hotmelt können unterschiedliche Beschichtungsverfahren herangezogen werden. In einer Ausführung werden die erforderlichen Haftklebemassen über ein Walzenbeschichtungsverfahren beschichtet. Unterschiedliche Walzenbeschichtungsverfahren sind im „Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology“ von Donatas Satas (van Nostrand, New York 1989) beschrieben. In einer weiteren Ausführung werden die Haftklebemassen über eine Schmelzdüse beschichtet.

20 Hier kann zwischen dem Kontakt- und dem kontaktlosen Verfahren unterschieden werden. In einem weiteren Verfahren wird die erforderliche Haftklebemasse durch die Extrusionsbeschichtung aufgetragen. Die Extrusionsbeschichtung wird bevorzugt mit einer Extrusionsdüse vorgenommen. Die verwendeten Extrusionsdüsen können vorteilhaft aus einer der folgenden Kategorien stammen: T-Düse, Fischschwanz-Düse und Bügel-Düse. Die einzelnen Typen unterscheiden sich durch die Gestalt ihres Fließkanals.

25

Für die erforderlichen Haftklebebahnen werden die Haftklebemassen auf das Vlies, PET-Vlies, Gewebe oder Gewebevlies beschichtet. Dies kann direkt oder im Transferverfahren erfolgen. Für die Beschichtung im Transferverfahren wird zunächst der Haftklebefilm auf einen Prozessliner oder ein silikonsiertes oder fluoriertes Trennpapier abgelegt und dann zu dem Träger zu kaschiert.

Zur Erzielung einer hohen Schwerentflammbarkeit ist der Träger des schwerentflammabaren Haftklebebandes mit einem Flammenschutzmittel imprägniert. Ein besonders effizientes Flammenschutzmittel für diesen Zweck ist Flovan™ der Fa. Pfersee.

5 Optional kann nach Beschichtung des Trägerbandes mit der Haftklebemasse eine UV-Vernetzung durchgeführt werden. Hierfür wird mittels kurzwelliger ultravioletter Bestrahlung in einem Wellenlängenbereich von 200 bis 400 nm, je nach verwendetem UV-Photoinitiator, bestrahlt, insbesondere unter Verwendung von Quecksilber-Hochdruck- oder -Mitteldruck-Lampen bei einer Leistung von 80 bis 240 W/cm. Die
10 Bestrahlungsintensität wird der jeweiligen Quantenausbeute des UV-Photoinitiators und dem einzustellenden Vernetzungsgrad angepasst.

 Weiterhin kann nach einem bevorzugten Verfahren die erfinderische Haftklebemasse mit Elektronenstrahlen vernetzt werden. Typische Bestrahlungsvorrichtungen, die zum

15 Einsatz kommen können, sind Linearkathodensysteme, Scannersysteme bzw. Segmentkathodensysteme, sofern es sich um Elektronenstrahlbeschleuniger handelt. Eine ausführliche Beschreibung des Stands der Technik und der wichtigsten Verfahrensparameter findet man bei Skelhorne (Electron Beam Processing, in Chemistry and Technology of UV and EB formulation for Coatings, Inks and Paints, Vol. 1, 1991, 20 SITA, London). Typische Beschleunigungsspannungen liegen im Bereich zwischen 50 und 500 kV, vorzugsweise 80 und 300 kV. Die angewandten Streudosen bewegen sich zwischen 5 bis 150 kGy, insbesondere zwischen 20 und 100 kGy.

 25 Es können auch beide Vernetzungsverfahren kombiniert miteinander angewendet werden oder andere Verfahren, die hochenergetische Bestrahlung ermöglichen.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung sind Gegenstand der übrigen Unteransprüche.

30

Ausführungsbeispiele

Die Erfindung wird im Folgenden durch Experimente beschrieben, ohne sich durch die Wahl der untersuchten Proben unnötig beschränken zu wollen.

35

Folgende Testmethoden wurden angewendet.

Gelpermeationschromatographie GPC (Test A)

Die Bestimmung des mittleren Molekulargewichtes M_w und der Polydisperosität PD 5 erfolgte über die Gelpermeationschromatographie. Als Eluent wurde THF mit 0,1 Vol.-% Trifluoressigsäure eingesetzt. Die Messung erfolgte bei 25 °C. Als Vorsäule wurde PSS-SDV, 5 µ, 10³ Å, ID 8,0 mm x 50 mm verwendet. Zur Auftrennung wurden die Säulen PSS-SDV, 5 µ, 10³ sowie 10⁵ und 10⁶ Å mit jeweils ID 8,0 mm x 300 mm eingesetzt. Die Probenkonzentration betrug 4 g/l, die Durchflussmenge 1,0 ml pro Minute. Es wurde 10 gegen PMMA-Standards gemessen.

Flammfestigkeit (Test B)

Die Untersuchung der Entflammbarkeit können nach UL-94 VTM-0, ISO 9772, ISO 9773 und IEC 60707 durchgeführt werden. Im Rahmen dieser Erfindung wurde die 15 erfinderischen Haftklebemassen nach DIN 40633 geprüft, wobei Z 3 = brennbar, Z 2 = selbstverlöschend und Z 1 = nicht brennbar darstellen.

180° Klebkrafttest (Test C)

Ein 20 mm breiter Streifen einer auf Polyester gecoateten Haftklebemasse wurde auf 20 Stahlplatten aufgebracht. Es wurden – je nach Richtung und Reckung – Längs- oder Quermuster auf der Stahlplatte verklebt. Der Haftklebestreifen wurde zweimal mit einem 2 kg Gewicht auf das Substrat aufgedrückt. Das Klebeband wurde anschließend sofort mit 30 mm/min und in einem Winkel von 180° vom Substrat abgezogen. Die Stahlplatten wurden zweimal mit Aceton und einmal mit Isopropanol gewaschen. Die Messergebnisse 25 sind in N/cm angegeben und sind aus drei Messungen gemittelt. Alle Messungen wurden bei Raumtemperatur unter klimatisierten Bedingungen durchgeführt.

Restlösungsmittel (Test D)

Die Bestimmung der Restlösungsmittelanteile erfolgte gravimetrisch. 2 g des 30 Acrylatschmelzhaftklebers wurden in einer Blechdose gegeben und diese offen bei 120 °C im Trockenschrank gelagert. Anschließend wurde das Gewicht wiederum gemessen. Die Differenz aus ursprünglichen Gewicht des Haftklebers und dem gemessenen Gewicht wird prozentual als Restlösungsmittelverlust angegeben.

Herstellung der Proben

Referenzbeispiel 1

Ein für radikalische Polymerisationen konventioneller 2 L-Glasreaktor wurde mit 8 g

5 Acrylsäure, 392 g 2-Ethylhexylacrylat, und 300 g Aceton/Isopropanol (90:10) befüllt. Nach 45 Minuten Durchleiten von Stickstoffgas unter Rühren wurde der Reaktor auf 58 °C hochgeheizt und 0,2 g 2,2-Azobis-(2-Methyl-butyronitril) (Vazo67®, Fa. DuPont) hinzugegeben. Anschließend wurde das äußere Heizbad auf 75 °C erwärmt und die Reaktion konstant bei dieser Außentemperatur durchgeführt. Nach 1 h Reaktionszeit 10 wurden wiederum 0,2 g Vazo 67 hinzugegeben. Nach 3 und 6 h wurde jeweils mit 150 g eines Aceton/Isopropanol-Gemischs (90/10) verdünnt. Zur Reduktion der Restinitiatoren wurden nach 8 und nach 10 h jeweils 0,4 g Di-(4-tert-Butylcyclohexyl)peroxydicarbonat (Perkadox 16®, Fa. Akzo Nobel) hinzugegeben. Die Reaktion wurde nach 22 h Reaktionszeit abgebrochen und auf Raumtemperatur abgekühlt.

15

Die Bestimmung des Molekulargewichtes nach Test A ergab ein $M_w = 470.000$ g/mol bei einer Polydispersität $M_w/M_n = 4,3$.

20 Die Klebemasse wurden dann unter Wärme und im Vakuum vom Lösungsmittel befreit und als Hotmelt durch eine Düse auf ein silikonisiertes Trennpapier (der Fa. Laufenberg) beschichtet (Masseauftrag 50 g/m²). Anschließend wurde auf ein 50 µm dickes mit Flammschutzmittel Flovan (Fa. Pfersee) imprägniertes Vlies beidseitig kaschiert. Die Haftklebemassen wurde mit 60 kGy und 200 kV ES vernetzt.

25

Das so erzeugte Haftklebeband wurde nach den Testmethoden B, C und D getestet.

Referenzbeispiel 2

Es wurde analog Referenzbeispiel 1 vorgegangen. Das Polymer wurde vor der

30 Hotmeltbeschichtung in einem Kneter mit 30 Gew.-% Magnesiumhydroxid/Aluminiumhydroxid (Martinal OL-104S) abgemischt.

Referenzbeispiel 3

Es wurde analog Referenzbeispiel 1 vorgegangen. Das Polymer wurde vor der

35 Hotmeltbeschichtung in einem Kneter mit 45 Gew.-% Magnesiumhydroxid/Aluminiumhydroxid (Martinal OL-104S) abgemischt.

Referenzbeispiel 4

Es wurde analog Referenzbeispiel 1 vorgegangen. Das Polymer wurde vor der Hotmeltbeschichtung in einem Kneter mit 15 Gew.-% mikroverkapselten roten Phosphor 5 (Safest S3) abgemischt.

Referenzbeispiel 5

Es wurde analog Referenzbeispiel 1 vorgegangen. Das Polymer wurde vor der Hotmeltbeschichtung in einem Kneter mit 60 Gew.-% Oligophosphat (Reofos 65™ der 10 Fa. Great Lake Chemicals) abgemischt.

Referenzbeispiel 6

Es wurde analog Referenzbeispiel 1 vorgegangen. Das Polymer wurde vor der Hotmeltbeschichtung in einem Kneter mit 20 Gew.-% Ammoniumpolyphosphat 15 (Pyrovatex) abgemischt.

Beispiel 1

Es wurde eine Acrylat-Klebstoffkomponente analog Referenzbeispiel 1 hergestellt. Das Polymer wurde vor der Hotmeltbeschichtung in einem Kneter mit 30 Gew.-% 20 Ammoniumpolyphosphat (Exolit 422) und 30 Gew-% Terpenphenolharz (Dertophene DT 110) abgemischt.

Beispiel 2

Es wurde eine Acrylat-Klebstoffkomponente analog Referenzbeispiel 1 hergestellt. Das 25 Polymer wurde vor der Hotmeltbeschichtung in einem Kneter mit 30 Gew.-% Ammoniumpolyphosphat (Exolit 422) und 30 Gew-% C₅-C₉-Harz (TK 90, VFT Rüttgers) abgemischt.

Beispiel 3

30 Es wurde eine Acrylat-Klebstoffkomponente analog Referenzbeispiel 1 hergestellt. Das Polymer wurde vor der Hotmeltbeschichtung in einem Kneter mit 30 Gew.-% Ammoniumpolyphosphat (Exolit 422), 30 Gew-% C₅-C₉-Harz (TK 90, VFT Rüttgers) und 5 Gew.-% Oligophosphat (Reofos 65, Fa. Great Lake Chemicals) abgemischt.

Resultate

In einem ersten Schritt wurde die Flammfestigkeit der Haftklebemassen aller Beispiele ermittelt. Die Kategorisierung fand nach $Z = 1$ (nicht brennbar), $Z = 2$ (selbstverlöschend) 5 und $Z = 3$ (brennbar) nach DIN 40633 statt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1. Flammfestigkeit nach Test B.

| Beispiel | Flammfestigkeit (Test B) |
|--------------------|--------------------------|
| Referenzbeispiel 1 | $Z = 3$ |
| Referenzbeispiel 2 | $Z = 3$ |
| Referenzbeispiel 3 | $Z = 2$ |
| Referenzbeispiel 4 | $Z = 2$ |
| Referenzbeispiel 5 | $Z = 3$ |
| Referenzbeispiel 6 | $Z = 2$ |
| Beispiel 1 | $Z = 1$ |
| Beispiel 2 | $Z = 1$ |
| Beispiel 3 | $Z = 1$ |

10 Der Tabelle 1 ist zu entnehmen, dass nur die Haftklebemassen der erfinderischen Beispiele 1 bis 3 die höchste Stufe $Z = 1$ erreicht wurde und somit diese Haftklebemassen absolut nicht brennbar sind. Die erfindungsgemäßen Haftklebemassen sind somit auch denjenigen Referenzmassen überlegen, denen gegenüber der hier beschriebenen Komposition lediglich die Harz-Komponente fehlt.

15

Zur weiteren Charakterisierung der erfinderischen Haftklebemassen wurde die Klebkraft auf Stahl der mit diesen hergestellten Haftklebebandern nach Test C bestimmt. Die ermittelten Werte sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

20 Tabelle 2: Klebkraft auf Stahl nach Test C.

| Beispiel | Klebkraft auf Stahl (Test C) in [N/cm] |
|--------------------|--|
| Referenzbeispiel 1 | 5,2 |
| Referenzbeispiel 2 | 1,4 |
| Referenzbeispiel 3 | 1,0 |
| Referenzbeispiel 4 | 4,1 |

| | |
|--------------------|-----|
| Referenzbeispiel 5 | 1,6 |
| Referenzbeispiel 6 | 4,4 |
| Beispiel 1 | 8,7 |
| Beispiel 2 | 8,5 |
| Beispiel 3 | 8,0 |

Durch Vergleich der Referenzbeispiele untereinander zeigt sich eine reduzierte Sofortklebkraft auf Stahl, die durch die Additivierung verursacht wird. Die erfinderischen Beispiele zeigen dagegen eine deutlich verbesserte Klebkraft selbst gegenüber der

5 reinen Acrylat-Klebstoffkomponente gemäß Referenzbeispiel 1 bei gleichzeitig verbessertem Flammenschutz.. Die Haftklebemassen gemäß der vorliegenden Erfindung weisen somit deutliche Vorteile gegenüber bestehende Konzepte zur Verbesserung des Flammenschutzes von Acrylathaftklebemassen auf.

10 Weiterhin wurde der Restlösungsmittelanteil für die erfinderischen Haftklebebänder bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 zusammengefasst.

Tabelle 3: Restlösemittelanteile nach Test D.

| Beispiel | Restlösungsmittelanteil (Test D) in [%] |
|------------|---|
| Beispiel 1 | 0,3 |
| Beispiel 2 | 0,2 |
| Beispiel 3 | 0,5 |

15 Die gemessenen Werte liegen auf einem sehr niedrigen Niveau und zeigen, dass die Haftklebebänder sehr geringe Restlösungsmittelanteile besitzen.

Patentansprüche

5 1. Schwerentflammable Haftklebemasse, umfassend
(a) mindestens eine Acrylat-Klebstoffkomponente,
(b) mindestens eine Ammoniumpolyphosphat-Komponente und
(c) mindestens eine Harz-Komponente.

10 2. Haftklebemasse nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die mindestens eine Acrylat-Klebstoffkomponente einen Massenanteil von mindestens 35 % in der Haftklebemasse aufweist.

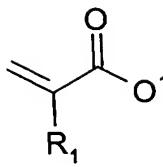
15 3. Haftklebemasse nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die mindestens eine Ammoniumpolyphosphat-Komponente einen Massenanteil von mindestens 25 %, insbesondere von 30 bis 40 %, in der Haftklebemasse aufweist.

20 4. Haftklebemasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die mindestens eine Harz-Komponente einen Massenanteil von mindestens 25 % in der Haftklebemasse aufweist.

5. Haftklebemasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die mindestens eine Acrylat-Klebstoffkomponente mit einer mittleren molekularen Masse M_w von höchstens 600.000 g/mol aufweist.

25 6. Haftklebemasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die mindestens eine Acrylat-Klebstoffkomponente auf mindestens einem Acylat-Monomer der allgemeinen Formel (1) basiert,

(1)



Rest ist und R₂ gleich H ist
gesättigten, unverzweigten

wobei R₁ gleich H oder ein CH₃-
oder aus der Gruppe der
oder verzweigten, substituierten

5 oder nicht-substituierten C₁- bis C₃₀-Alkylresten gewählt ist.

7. Haftklebemasse nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Gruppe R₂ der allgemeinen Formel (1) einen oder mehrere Substituenten aufweist, ausgewählt aus der Gruppe, enthaltend Carboxyl-, Sulfonsäure-, Hydroxyl-, Lactam-, Lacton-, N-substituierte Amid-, N-substituierte Amin-, Carbamat-, Epoxy-, Thiol-, Alkoxy-, Cyan-, Halogenid- und Etherreste.

10

8. Haftklebemasse nach Anspruch 6 oder 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Gruppe R₂ der allgemeinen Formel (1) aus der Gruppe der gesättigten, unverzweigten oder verzweigten, substituierten oder nicht-substituierten C₄- bis C₁₄-Alkylresten, insbesondere C₄- bis C₉-Alkylresten, gewählt ist.

15

9. Haftklebemasse nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Gruppe R₂ der allgemeinen Formel (1) aus der Gruppe der überbrückten oder nicht-überbrückten, substituierten oder nicht-substituierten Cycloalkylresten mit mindestens 6 C-Atomen gewählt ist.

20

10. Haftklebemasse nach einem der Ansprüche 6 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass das mindestens eine Acrylat-Monomer der allgemeinen Formel (1) eine aus der folgenden Gruppe ausgewählte, substituierte oder nicht-substituierte Verbindung ist, umfassend Methylacrylat, Methylmethacrylat, Ethylacrylat, n-Butylacrylat, n-Butylmethacrylat, n-Pentylacrylat, n-Hexylacrylat, n-Heptylacrylat, n-Octylacrylat, n-methacrylat, Isooctylmethacrylat, n-Nonylacrylat, Laurylacrylat, Stearylacrylat, Behenylacrylat, Isobutylacrylat, 2-Ethylhexylacrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat, Isooctylacrylat, Isooctylmethacrylat, Cyclohexylmethacrylat, Isobornylacrylat, Isobornylmethacrylat, und 3,5-Dimethyladamantylacrylat.

25

11. Haftklebemasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die mindestens eine Acrylat-Klebstoffkomponente neben dem mindestens einem Acrylat-Monomer auf mindestens einem Comonomer basiert.

30

35

12. Haftklebemasse nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass das mindestens eine Comonomer mindestens einen oder mehrere Substituenten, insbesondere polare Substituenten aufweist, ausgewählt aus der Gruppe, enthaltend Carboxyl-,

5 Sulfonsäure-, Hydroxyl-, Lactam-, Lacton-, N-substituierte Amid-, N-substituierte Amin-, Carbamat-, Epoxy-, Thiol-, Alkoxy-, Cyan-, Halogenid- und Etherreste.

13. Haftklebemasse nach Anspruch 11 oder 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass das mindestens eine Comonomer eine Verbindung ist, ausgewählt aus der Gruppe der N-

10 alkylsubstituierten Amide, insbesondere aus der Gruppe, enthaltend N,N-Dimethylacrylamid, N,N-Dimethylmethacrylamid, N-tert-Butylacrylamid, N-Vinylpyrrolidon, N-Vinylactam, Dimethylaminoethylacrylat, Dimethylaminoethylmethacrylat, Diethylaminoethylacrylat Diethylaminoethylmethacrylat, N-Methylolacrylamid, N-Methylolmethacrylamid, N-(Butoxymethyl)methacrylamid, N-(Ethoxymethyl)acrylamid, N-Isopropylacrylamid.

14. Haftklebemasse nach Anspruch 11 oder 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass das mindestens eine Comonomer eine Verbindung ist, ausgewählt aus der Gruppe, enthaltend Hydroxyethylacrylat, Hydroxyethylmethacrylat, Hydroxypropylacrylat,

20 Hydroxypropylmethacrylat, Allylalkohol, Maleinsäureanhydrid, Itaconsäureanhydrid, Itaconsäure, Glyceridylmethacrylat, Phenoxyethylacrylat, Phenoxyethylmethacrylat, 2-Butoxyethylacrylat, 2-Butoxyethylmethacrylat, Cyanoethylacrylat, Cyanoethylmethacrylat, Glycerylmethacrylat, 6-Hydroxyhexylmethacrylat, Vinylessigsäure, Tetrahydrofurfurylacrylat, β -Acryloyloxypropionsäure, Trichloracrylsäure, Fumarsäure, Crotonsäure, Aconitsäure und Dimethylacrylsäure.

25 15. Haftklebemasse nach Anspruch 11 oder 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass das mindestens eine Comonomer eine Verbindung ist, ausgewählt aus der Gruppe, enthaltend Vinylester, Vinylether, Vinylhalogenide, Vinylidenhalogenide, Vinylverbin-

30 dungen mit aromatischen Cyclen oder Heterocyclen in α -Stellung, insbesondere enthaltend Vinylacetat, Vinylformamid, Vinylpyridin, Ethylvinylether, Vinylchlorid, Vinylidenchlorid und Acrylonitril.

35 16. Haftklebemasse nach Anspruch 11 oder 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass das mindestens eine Comonomer ein Photoinitiator mit einer copolymerisierbaren Doppel-

bindung ist, insbesondere Norrish-I- oder Norrish-II-Photoinitiatoren, Benoinacrylate oder acrylierte Benzophenone.

17. Haftklebemasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche 11 bis 16, **dadurch gekennzeichnet**, dass dem mindestens einen Comonomer mindestens eine weitere Komponente mit einer hohen statischen Glasübergangstemperatur zugesetzt ist, insbesondere eine aromatische Vinylverbindung, vorzugsweise mit C₄- bis C₁₈-Aromaten oder -Heteroaromaten.

10 18. Haftklebemasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die mindestens eine Harz-Komponente ausgewählt ist aus der Gruppe, enthaltend Pinen-, Inden- und Kolophoniumharze, oder deren Derivate oder Salze; aliphatische, aromatische oder alkylaromatische Kohlenwasserstoffharze, insbesondere C₅- bis C₉-Kohlenwasserstoffharze; Kohlenwasserstoffharze auf Basis reiner Monomere; hydrierte Kohlenwasserstoffharze; substituierte oder nicht-substituierte Kohlenwasserstoffharze; Naturharze; Terpenharze und Terpenphenolharze.

20 19. Verwendung einer Haftklebemasse nach einem der Ansprüche 1 bis 18 zur Herstellung eines schwerentflammabaren Haftklebebands, umfassendein mit einem Flammenschutzmittel imprägniertes Trägerband, das einseitig oder doppelseitig mit der Haftklebemasse beschichtet ist.

25 20. Verwendung nach Anspruch 19, **dadurch gekennzeichnet**, dass als Trägerband ein Vlies, insbesondere ein PET-Vlies oder ein Gewebevlies, oder ein Gewebe verwendet wird.

30 21. Verwendung nach Anspruch 19 oder 20, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Trägerband mit der Haftklebemasse als Schmelze im Hotmelt-Verfahren auf beschichtet wird, insbesondere durch Walzenbeschichtung, in einem Schmelzdüsenverfahren oder durch Extrusionsbeschichtung.

22. Verfahren zur Herstellung einer schwerentflammabaren Haftklebemasse nach einem der Ansprüche 1 bis 18, wobei

(a) mindestens eine Acrylat-Klebstoffkomponente durch zumindest teilweise Polymerisation mindestens eines Acrylat-Monomers, gegebenenfalls in Gegenwart mindestens eines Comonomers, hergestellt wird und

(b) nacheinander oder gleichzeitig mindestens eine Ammoniumpolyphosphat-Komponente und mindestens eine Harz-Komponente der mindestens einen Acrylat-Klebstoffkomponente zugemengt werden.

23. Verfahren nach Anspruch 22, **dadurch gekennzeichnet**, dass die mindestens eine Acrylat-Monomer der allgemeinen Formel (1) entspricht,



15 worin R_1 gleich H oder ein CH_3 -Rest ist und R_2 gleich H oder aus der Gruppe der gesättigten, unverzweigten oder verzweigten, substituierten oder nicht-substituierten C_1 - bis C_{30} -Alkylresten gewählt ist.

24. Verfahren nach Anspruch 22 oder 23, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Polymerisation in Lösung oder in Substanz durchgeführt wird.

20 25. Verfahren nach einem der Ansprüche 22 bis 24, **dadurch gekennzeichnet**, dass die mindestens eine Ammoniumpolyphosphat-Komponente und die mindestens eine Harz-Komponente einer Schmelze der mindestens einen Acrylat-Klebstoffkomponente hinzu compoundiert werden, insbesondere in einem Extrusionsverfahren.

26. Schwerentflammbare Haftklebebänder nach einem der Ansprüche 1 bis 18.

Zusammenfassung

5 Die Erfindung betrifft eine schwerentflammable und im Wesentlichen lösungsmittelfreie Haftklebemasse, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung für Haftklebebänder.

Die erfindungsgemäße Haftklebemasse umfasst

10 (a) mindestens eine Acrylat-Klebstoffkomponente,
(b) mindestens eine Ammoniumpolyphosphat-Komponente und
(c) mindestens eine Harz-Komponente.

15 Durch ein- oder doppelseitige Beschichtung eines mit einem Flammenschutzmittel imprägnierten Trägerband mit der Haftklebemasse kann ein schwerentflammbarer Haftklebeband erzeugt werden.